


# IMPROVED NICKEL-BASE SUPER ALLOY WITH BALANCED PROPERTIES FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL PRODUCT

**Publication number:** JP5059474 (A)

**Also published as**

**Publication date:** 1993-03-09

 JP3012652 (B2)

**Inventor(s):** KAARU SUTEIIBUN UKUJITSUKU; REO BUCHIYAKUJIAN  
JIYUNIAA

**Applicant(s):** GEN ELECTRIC

**Classification:**

- International: C22C19/05; C22F1/00; C22F1/10; C22F1/00; C22C19/05;  
C22F1/00; C22F1/10; C22F1/00; (IPC1-7): C22C19/05; C22F1/10

- European:

**Application number:** JP19880800034 19881209

**Priority number(s):** CA19870533975 19870407; GB19860031037 19861230;  
JP19880800034 19881209

D1

Abstract not available for JP 5059474 (A)

---

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

DI

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-59474

(43)公開日 平成5年(1993)3月9日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 2 2 C 19/05	C	8928-4K		
C 2 2 F 1/10	H	9157-4K		

審査請求 未請求 請求項の数15(全 13 頁)

(21)出願番号 特願昭63-800034

(22)出願日 昭和63年(1988)12月9日

(71)出願人 999999999

ゼネラル・エレクトリック・カンパニイ  
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、スケネ  
クタディ、リバーロード、1番

(72)発明者 カール・ステイヴン・ウクジツク

アメリカ合衆国オハイオ州45232, シンシ  
ナティ, マクメイキン・アベニュー 749

(72)発明者 レオ・ブチャクジアン・ジュニア

アメリカ合衆国オハイオ州45140, ラヴラ  
ンド, ベントリー・パス・レーン 10780

(74)代理人 弁理士 湯浅 恭三 (外4名)

(54)【発明の名称】 単結晶生成品を製造するための改良された、特性の均衡したニッケルをベースとする超合金

(57)【要約】

電子出願以前の出願であるので

要約・選択図及び出願人の識別番号は存在しない。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 本質的に、重量百分率で5-10%のクロム、5-10%のコバルト、0-2%のモリブデン、3-10%のタングステン、3-8%のタンタル、0-2%のチタン、5-7%のアルミニウム、0-6%のレニウム、0-0.5%のハフニウム、0-0.07%の炭素、0-0.015%のホウ素、及び0-0.075%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物であるニッケルをベースとする超合金。

【請求項 2】 本質的に、重量百分率で6.75-7.25%のクロム、7.0-8.0%のコバルト、1.3-1.7%のモリブデン、4.75-5.25%のタングステン、6.3-6.7%のタンタル、最大0.02%のチタン、6.1-6.3%のアルミニウム、2.75-3.25%のレニウム、0.12-0.18%のハフニウム、0.04-0.06%の炭素、0.003-0.005%のホウ素、及び0.005-0.030%の

イットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物である請求項 1 記載の超合金。

【請求項 3】 本質的に、重量百分率で7%のクロム、7.5%のコバルト、1.5%のモリブデン、5%のタングステン、6.5%のタンタル、0%のチタン、6.2%のアルミニウム、3%のレニウム、0.15%のハフニウム、0.05%の炭素、0.004%のホウ素、及び0.01%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物である請求項 2 記載の超合金。

【請求項 4】 本質的に、重量百分率で5-10%のクロム、5-10%のコバルト、0-2%のモリブデン、3-10%のタングステン、3-8%のタンタル、0-2%のチタン、5-7%のアルミニウム、0-6%のレニウム、0-0.5%のハフニウム、0-0.07%の炭素、0-0.015%のホウ素、及び0-0.075%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物である、単結晶品製造のためのニッケルをベースとする超合金。

【請求項 5】 本質的に、重量百分率で6.75-7.25%の

クロム、7.0-8.0%のコバルト、1.3-1.7%のモリブデン、4.75-5.25%のタングステン、6.3-6.7%のタンタル、最大0.02%のチタン、6.1-6.3%のアルミニウム、2.75-3.25%のレニウム、0.12-0.18%のハフニウム、0.04-0.06%の炭素、0.003-0.005%のホウ素、及び0.005-0.030%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物である請求項 4 記載の超合金。

【請求項 6】 本質的に、重量百分率で7%のクロム、7.5%のコバルト、1.5%のモリブデン、5%のタングステン、6.5%のタンタル、0%のチタン、6.2%のアルミニウム、3%のレニウム、0.15%

のハフニウム、0.05%の炭素、0.004%のホウ素、及び0.01%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物である請求項 5 記載の超合金。

【請求項 7】 ガスタービンエンジン用の翼部材である請求項 4 記載の製品。

【請求項 8】 本質的に、重量百分率で5-10%のクロム、5-10%のコバルト、0-2%のモリブデン、3-

10%のタングステン、3-8%のタンタル、0-2%のチタン、5-7%のアルミニウム、0-6%のレニウム、0-0.5%のハフニウム、0-0.07%の炭素、0-0.015%のホウ素、及び0-0.075%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物からなり、改善された低角粒界に対する許容度を有する単結晶品製造のためのニッケルをベースとする超合金。

【請求項 9】 本質的に、重量百分率で6.75-7.25%のクロム、7.0-8.0%のコバルト、1.3-1.7%のモリブデン、4.75-5.25%のタングステン、6.3-6.7%のタンタル、最大0.02%のチタン、6.1-6.3%のアルミニウム、2.75-3.25%のレニウム、0.12-0.18%のハフニウム、0.04-0.06%の炭素、0.003-0.005%のホウ素、及び0.005-0.030%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物である請求項 8 記載の超合金。

【請求項 10】 本質的に、重量百分率で7%のクロム、

7.5%のコバルト、1.5%のモリブデン、5%のタングステン、6.5%のタンタル、0%のチタン、

6.2%のアルミニウム、3%のレニウム、0.15%のハフニウム、0.05%の炭素、0.004%のホウ素、及び0.01%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物である請求項 9 記載の超合金。

【請求項 11】 ガスタービンエンジン用の翼部材である請求項 8 記載の製品。

【請求項 12】 真空または不活性雰囲気で行われ、次のa)からf)の工程、すなわち、

a) 本質的に、重量百分率で5-10%のクロム、5-10%のコバルト、0-2%のモリブデン、3-10%のタングステン、3-8%のタンタル、0-2%のチタン、5-7%のアルミニウム、0-6%のレニウム、0-0.5%のハフニウム、0-0.07%の炭素、0-0.015%のホウ素、及び0-0.075%のイットリウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随的不純物からなる組成を有する単結晶品を選ぶこ

と、

b) 少なくとも95%の $\gamma'$ 相の溶解が可能な温度範囲で2時間の加熱を行うこと、

c) 最小100°F/minの速度で2000°Fまで

冷却した後60分以内に1200°Fに冷却すること、

d) 2050±25°Fに4時間加熱すること、

e) 6分以内に1200°F未満に冷却すること、

f) 1650±25°Fに4時間加熱すること

の各工程からなる熱処理方法。

【請求項13】 単結晶品の組成は、本質的に、重量百分

率で6.75-7.25%のクロム、7.0-8.0%のコバルト、

1.3-1.7%のモリブデン、4.75-5.25%のタ

ングステン、6.3-6.7%のタンタル、最大0.02%

のチタン、6.1-6.3%のアルミニウム、2.75-3.2

5%のレニウム、0.12-0.18%のハフニウム、

0.04-0.06%の炭素、0.003-0.005%のホウ素、

及び0.005-0.030%のイットリウム成分を有し、

残りの成分がニッケル及び付随的不純物である請求項12記載の熱処理方法。

【請求項14】 単結晶品の組成は、本質的に、重量百分

率で7%のクロム、7.5%のコバルト、1.5%の

モリブデン、5%のタングステン、6.5%のタン

タル、0%のチタン、6.2%のアルミニウム、3

%のレニウム、0.15%のハフニウム、0.05%の炭

素、0.004%のホウ素、及び0.01%のイットリ

ウム成分を有し、残りの成分がニッケル及び付随

的不純物である請求項12記載の熱処理方法。

【請求項15】 請求項12、b)における温度範囲が約2385から2395°Fである請求項12に記載の熱処理方法。

【発明の詳細な説明】

ここに発表し請求される発明は、1984年4月2日同時係属出願595,845号に開示し特許請求されている発明と関連がある。

(産業上の利用分野)

本発明は、全般的に、航空機ガスタービンエンジンの高熱部材、特に回転羽(rotating blades)に有用な、単結晶品として製造可能なニッケルをベースとする超合金に関するものである。

(従来の技術)

ガスタービンエンジンの効率、エンジンの各種部品の作動温度に大きく左右され、作動温度が高くなれば効率が良くなる。作動温度能力を上げ

る1つの方法は、例えばタービン羽根及び翼

(turbine blades and vanes)などの最も高温で作動する部品を製造する場合に、その中に入り組んだ空洞の通路を有する部品を製造し、その部品の前縁及び後縁の中にある穴に冷却用の空気を強制的に通すことができるようにすることである。このようにすれば、内部冷却は熱伝導により、外部冷却は膜すなわち境界層冷却により行うことができる。

効率を上げるための研究により、ますます高温に耐えつつその基本的な材料特性を維持できる耐熱超合金もまた開発されるに至った。この種の超合金の開発は、前述の内部に複雑な空気冷却用通路を備えた製造部品の設計、開発及び製造に関連して行われることが多かった。

(発明が解決しようとする課題)

今回の発明は、ニッケルをベースとする超合金を更に改良することによる効率の向上を目指している。従って、今回の発明により、現在製造されているニッケルをベースとする超合金から造られ

た単結晶製品よりも、応力破壊強度及び高、低サイクル疲労特性の点で大幅に高温能力の高い単結晶製品を造るためのニッケルをベースとする超合金は提供される。更に、その周期的酸化による劣化に対する耐性及び高温腐食に対する耐性が優れているため、今回の発明の超合金は従来得られなかった独自の均衡した機械的及び環境的特性を有している。

(課題を解決するための手段)

本発明によれば、単結晶製造品を造るのに適した超合金は、重量百分率(重量%)で下記の第I表に示す元素を含み、残余の成分はニッケル(Ni)及び付随的不純物からなる。

第 I 表

合金成分(重量%)

元素	基準	良品	最良品
クロム(Cr)	5-10	6.75-7.25	7.0
コバルト(Co)	5-10	7.0-8.0	7.5
モリブデン(Mo)	0-2	1.3-1.7	1.5
タングステン(W)	3-10	4.75-5.25	5.0

	5		
タンタル (Ta)	3-8	6.3 -6.7	6.5
チタン (Ti)	0-2	最大 0.02	0.0
アルミニウム (Al)	5-7	6.1 -6.3	6.2
レニウム (Re)	0-6	2.75 -3.25	3.0
ハフニウム (Hf)	0-0.50	0.12 -0.18	0.15
炭素 (C)	0-0.07	0.04 -0.06	0.05
ホウ素 (B)	0-0.015	0.003-0.005	0.004
イットリウム (Y)	0-0.075	0.005-0.030	0.01

この発明にはまたガスタービンエンジンのタービン羽根及び翼などの上記組成範囲内の組成を有する鑄造された単結晶品も含まれる。

単結晶を造ることのできる技法としては、現在2つの基本的な方向性凝固法(directional solidification (DS) method)が良く知られている。一つは種結晶(seed crystal)を使う方法であり、他の一つは、入り組んだ通路を使って合金の単結晶を1個選びこれを単結晶品に成長させる方法で「チョーク」処理法('choke' process)と呼ばれている。

#### (実施例)

この発明の合金を開発し試験するため、第II表に掲げる三つのグループに分けた合金を、3000グラムずつ真空誘導溶解して直径1-1/2インチの銅鑄型に鑄込みインゴットに形成した。続いてインゴットを再熔融し、前回に述べた他の方法を使うこともできたが今回はチョーク処理法により1/2インチ×2インチ×4インチの単結晶スラブに鑄込んだ。別に行った一連の実験により、単結晶スラブ内のイットリウム残留量を求めたところ最初のインゴットに存在していた量の30%であった。このため、第II表のイットリウム含有率を確保するため30%残留量を考慮に入れて最初のインゴットには十分多めのイットリウムを加えた。

第Iグループの合金は、ガンマ( $\gamma$ )マトリクス合金元素としてのタングステン、モリブデン及びレニウムの相互作用を評価するため設計された。第IIグループの合金は、その他の変数の影響を評価できるように、第Iグループとは幾分独立に設

計された。アルミニウムの含有量は高率に維持し、

チタンとタンタルの量は約63容積%までのガンマダッシュ( $\gamma'$ )レベルとなるように変え、クロムは $\gamma'$ レベルを高くするために減らした。クロム含有率8%の第Iグループの合金は、総体的に第IIグループの合金よりも安定性が低いことが分かったので、クロムの基準含有率を第Iグループの8%から7%に減らして安定性を良くした。番号812-814の合金はコバルトの含有率を変えて安定性への影響を評価した。

第IIIグループの合金は第Iグループ及び第IIグループの合金の評価に基づき設計された。第IIグループでは、 $\gamma'$ 容体化による $\gamma'$ 含有率の上限は約60容積%であった。番号824-826の合金は、5.5%のレニウムを含み強度は高いが不安定な820番の合金を基にして造られた。したがって安定性を増すためレニウムを減らした。827-829番の合金は、821番(0% Ti)を基にしたがタングステンとレニウムの含有率を変えた。830-833番の合金は、800番(1.5% Ti)を基にしたがレニウム、タングステン及びモリブデンの含有率を変えた。

834番と835番の合金は、タンタルとチタンを犠牲にしてアルミニウムを増やした。第IIIグループの合金ではすべて、第IIグループの812-814番の評価に基づいてコバルトの含有率は10%に維持された。

第I、II及びIIIグループの合金について応力破壊強度に対する評価を行った。試験結果を第III表に示す。なお、試験を行う前に、第III表に「R」の記号が付されている合金を除き、その他のすべての合金は次の方法により1/2インチ厚さの単結晶スラブとして熱処理を施した。

第1段階：少なくとも95%の $\gamma'$ 相の熔融を達成するために、2350-2400° F

で

2時間合金を溶融すること

第2段階：1975° Fに4時間保つこと

第3段階：1650° Fに16時間保つこと

第 II 表  
(単結晶分析値)  
第 I グループ

合金	Cr	Co	Mo	W	Ta	Ti	Al	Re	Hf	B	C	Y
#800	8	7.5	1.5	4.0	5	1.5	5.8	3.0	0.15	0.004	0.05	0
#801	8	7.5	0.5	5.9	5	1.5	5.75	3.0	0.15	0.004	0.05	0
#802	8	7.5	0.0	5.9	5	1.5	5.75	3.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#803	8	7.5	0.0	4.0	5	1.5	5.75	4.5	0.15	0.004	0.05	0
#804	8	7.5	0.0	2.0	5	1.5	5.75	8.0	0.15	0.004	0.05	0
#805	8	7.5	3.65	0.0	5	1.5	5.9	3.1	0.15	0.004	0.05	0
#806	8	7.5	3.0	0.0	5	1.5	5.8	4.5	0.15	0.004	0.05	0
#807	8	7.5	1.5	3.0	6	1.0	6.0	3.0	0.15	0.004	0.05	0
#808	8	7.5	1.5	3.0	6	0.0	6.5	3.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#809	8	7.5	0.0	4.0	6	0.0	6.4	4.5	0.15	0.004	0.05	0
#810	8	7.5	0.0	2.0	6	0.0	6.4	6.0	0.15	0.004	0.05	0
#811	8	7.5	3.0	0.0	6	0.0	6.4	4.5	0.15	0.004	0.05	0

第 II 表  
(単結晶分析値)  
第 II グループ

合金	Cr	Co	Mo	W	Ta	Ti	Al	Re	Hf	C	B	Y
#812	7	5.0	1.5	3	6.0	1.0	6.0	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015
#813	7	7.5	1.5	3	6.0	1.0	6.0	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015
#814	7	10.0	1.5	3	6.0	1.0	6.0	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015
#815	5	7.5	1.5	3	7.5	0.5	6.5	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015
#816	5	7.5	1.5	3	8.0	0.5	6.5	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015
#817	5	7.5	0.5	3	8.0	1.0	6.5	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015
#818	5	7.5	1.5	3	7.0	0.5	6.5	3.5	0.15	0.05	0.004	0.015
#819	5	7.5	1.5	3	7.0	0.5	6.5	4.5	0.15	0.05	0.004	0.015
#820	5	7.5	1.5	3	7.0	0.0	6.5	5.5	0.15	0.05	0.004	0.015
#821	7	7.5	1.5	5	6.5	0.0	6.2	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015
#822	6	7.5	1.5	5	6.5	0.0	6.2	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015
#823	5	7.5	1.5	5	6.5	0.0	6.2	3.0	0.15	0.05	0.004	0.015

第 II 表  
(単結晶分析値)  
第 III グループ

合金	Cr	Co	Mo	W	Ta	Ti	Al	Re	Hf	B	C	Y
#824	5.0	10.0	1.5	6.5	6.5	0	6.5	2.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#825	5.0	10.0	1.5	5.5	7.0	0	6.5	3.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#826	5.0	10.0	1.5	4.0	7.0	0	6.5	4.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#827	7.0	10.0	1.5	5.0	6.5	0	6.2	3.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#828	7.0	10.0	1.5	6.0	6.5	0	6.2	2.5	0.15	0.004	0.05	0.015
#829	7.0	10.0	1.5	7.0	6.5	0	6.2	2.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#830	7.0	10.0	1.5	5.0	5.0	1.5	5.8	3.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#831	7.0	10.0	1.5	6.0	5.0	1.5	5.8	2.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#832	7.0	10.0	1.5	7.0	5.0	1.5	5.8	1.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#833	7.0	10.0	2.5	4.0	5.0	1.5	5.8	2.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#834	6.0	10.0	1.5	5.5	4.0	0	7.0	3.0	0.15	0.004	0.05	0.015
#835	7.0	10.0	1.5	4.0	2.0	0	7.5	3.0	0.15	0.004	0.05	0.015

## 第 四 表

## 応 力 破 壊

(単結晶成長方向に平行に加えた応力)

合金	A C O <sup>1</sup>	破壊に至るまでの時間 (時間)			
		1800°F / 60 ksi	1800°F / 40 ksi	2000°F / 20 ksi	2100°F / 18 ksi
#800		94.5	88.5	184.5	90.4
#801		87.0	44.5	45.5	29.1
#802		85.8	53.1	90.0	—
#803		66.7	67.1	70.1	82.9
#804		54.2	103.0	52.4	—
#805		56.3	56.9	55.2	30.0
#806		85.6	43.8	57.4	22.9
#807		76.7	60.1	100.3	66.4
#808		55.8	53.5	81.6	39.2
#809	N	22.0	69.8	48.0	25.8
#810		62.2	64.7	35.4	10.1
#811		101.9	161.8	44.1	8.2
#812		35.1	49.1	30.2	58.5
#813		53.8	51.4	27.0	52.2
#814		57.9	88.7	42.8	47.1
#815		76.5	55.4	84.8	143.2
#816		103.9	83.6	47.8	121.4
#817		24.8	55.5	42.8	55.5
#818	N	84.3	85.8	68.0	113.3
#819		147.9	115.5	100.6	264.8
#820		257.2	158.7	153.7	220.1
#821		114.3	80.4	98.4	74.3
#822		64.2	70.1	43.1	66.9
#828		22.3	48.7	—	46.3

(次ページに続く)

合金		第 III 表 (前ページからの続き)		
		破断に至るまでの時間 (時間)		
		1800°F / 80 ksi	1800°F / 40 ksi	2000°F / 20 ksi
#824		97.1	91.9	
R			118.8	87.7
#825		74.0	94.7	
R			128.4	82.8
#826		119.1	119.8	
R			135.8	122.1
#827	N	8.7	76.2	
R			108.4	70.0
#828		119.1	72.7	
R			95.7	119.0
#829		110	72.7	
R			90.2	88.0
#830	N	59.8	126.5	
R			182.2	147.8
#831		92.7	68.9	
R			82.1	137.6
#832		80.1	58.5	
R			85.4	107.3
#833		96.5	51.6	
R			69.1	132.7
#834		119.2	80.7	
R			105.7	69.1
#835	N	43.5	55.3	
R			87.4	27.4

1 A C O = Acceptable Crystallographic Orientation (許容できる結晶学的方向) の略。すなわち、[001]の晶方位 (zone axis) から15°以内にある単結晶成長方向を意味する。Nはこの範囲内に単結晶成長方向がないことを表わし、その他はこの範囲内にあることを表わす。

第IIIグループの合金は、最初は1600°F/80

ksi及び1800°F/40 ksiで試験された。第II表

に報告されているような他の試験結果に基づき、

追加の試料を2390°Fで2時間溶解させ、急冷

して2050°Fで4時間、続いて1650°Fで4時間

熱成し、1800°F/40 ksi及び2000°F/20 ksiで第

III表に掲げる“R”処理及び応力破壊試験を行っ

た。再加熱処理により1800°F/40 ksiにお

ける破

壊寿命は平均約30%延びるという結果がえられ

た。ガスタービンエンジンに使用するための臨界

パラメータである1800°F/40 ksiにおい

て、第I

グループ及び第IIグループの合金もまた“R”処

理を施せば寿命が30%延びると予想される。

他の実験でもまた、溶解温度から2000°Fまでの冷却速度を100~600°F/minの範囲で変え

て

見たが、本発明の合金の応力破壊特性にはわずかな影響しかなく、冷却速度を早めることにより1800°F/40 ksiにおける寿命をわずかに延ばす傾向が見られるに過ぎなかった。そのデータを第IV表に示す。

第 IV 表

冷却速度	応力破壊寿命 (時間)	
	1800°F/40ksi	2000°F/20ksi
°F/min		
600	91	107
300	85	123
100-150	75	120
以前の各種速度での平均値	79	100

従って、本発明の超合金については、現在のところ望ましい熱処理は下記の通りである。すなわち、第1段階として、少なくとも95%のγ'相の溶解が可能な温度範囲で、できれば2385-2395



° Fで2時間かけて溶解させ、最小100° F/minの速度で2000° Fまで冷却し、60分またはそれ以下の時間で1200° Fまで炉内冷却し、その後室温まで冷却すること、第2段階として、2050±25° Fまで4時間加熱し、6分以内に1200° F未満に炉内冷却してから室温まで冷却すること、及び第3段階として、1650±25° Fまで4時間加熱しその後室温まで炉内冷却することである。すべての熱処理段

階は真空または不活性雰囲気で行われ、室温まで冷却する段階を省略して、処理は直接次の加熱段階に進めることができる。

第I、II及びIIIグループの合金からえられた応力破壊データから見て、約5%のレニウムが1800° F/40ksiで最高の応力破壊強度を示す。このデータからまた、破壊寿命をタングステン含有量が一定としたときのレニウム含有量の関数としてグラフに描けば、1800° F/40ksiでの応力

破壊寿命は、レニウムとタングステンの割合が(3 Re +7W)から(5 Re +3W)の範囲でえられる。最も望ましい実施例、821番の合金については、現在好ましいレニウムとタングステンの組み合わせは、現在のレニウムとタングステンの相対的な価格を考えれば(3 Re +5W)である。

すべての合金は微細構造の安定性について評価された。試料は2375-2400° Fで2時間溶解し、1975° Fで4時間、そして1650° Fで16時間熟成するという熱処理が施された。その後、異なった幾組かの試料を1800° Fで1000時間、また2000° F

で1000時間加熱した。稀釈された村上の電解液(diluted Murakami's electrolyte)によるエッチングを含む調製後、試料は金属組織学的に調べ、位相的ちょう密相(topologically close packed phase:TCP)の相対量は目視で求めた。第IIグループの合金は、818番及び819番を除きTCPの析出が全くないかあるいは極微量(821番)であり、グループ全体として見れば、第IIIグループの合金に比べ微細構造の不安定さを招く傾向が少なく、第Iグループの合金と比べた場合は1800° Fでも2000° Fでもはるかにこの傾向が少なかった。

第V表には、コーティングされていない直径1/4インチ、長さ3インチのピン状試料に2150° Fで天然ガスの炎をマッハ1で吹き付けて行った周期的酸化試験の結果を示す。試料は一樣に炎に曝されるように回転させ、1時間おきに炎から周期的に外して試料を室温に冷却した。試料の長さ方向を横切って切り取った部分について外部金属損失を測定した。片側当りの金属損失は試験前後のピンの直径の差を2で割って求めた。表のデータ

は1つの試料について互いに直角な2つの直径を測ってえられた平均値である。

第Iグループの合金の中でイットリウムを含む2つの合金(802及び808)はとびぬけて酸化耐性が強かった。すべてにイットリウムが含まれている第IIグループの合金では、2150° Fで200時間の高速(マッハ1)酸化後も金属損失はなく、わずかに2-3ミル(mil)の $\gamma'$ の減少が見られただけであり、イットリウムとハフニウムの相乗効果が作用している。これらのデータからはまた、レニウムは酸化耐性を強めるか、または少なくとも合金内でレニウムに置換えられたタングステンよりも害が少ないことが分かり、また金属組織学的調査からも $\gamma'$ の安定性が改善されるという結果がえられた。

## 第 V 表

酸化試験 (2150°F, マッハ1.0)

合金	金屬損失 (mils/ side)					γ' 減耗 (mils/side)	
	時間 (hrs)	18.8	82.8	127.8	169.8	214.8	
#800		1.0	1.8	4.8	8.8	9.3	6-12
#801		0.8	1.5	4.8	8.0	9.8	4- 8
#802		0	0	0.3	0	0.3	2- 3
#803		0.8	1.5	2.8	4.0	6.3	8-10
#804		0.8	1.3	1.5	4.0	5.3	8-12
#805		1.0	1.6	10.3	7.5	9.5	8-10
#806		0.8	1.6	4.8	6.3	9.8	8-10
#807		1.0	2.0	4.5	8.3	8.0	8- 8
#808		0.8	0	0.3	0.3	0.5	2- 3
#809		1.0	1.8	2.8	2.0	4.3	10-14
#810		1.0	1.8	2.8	3.5	4.0	10-16
#811		1.3	2.5	3.0	4.5	5.5	12-18
#812		0	0	0	0	0	1- 2
#813		0	0	0	0	0	1- 2
#814		0	0	0	0	0	1- 2
#815		0	0	0	0	0	1- 2
#816		0	0	0	0	0	1
#817		0	0	0	0	0	1
#818		0	0	0	0	0	2
#819		0	0	0	0	0	2
#820		0	0	0	0	0	2
#821		0	0	0	0	0	1- 2
#822		0	0	0	0	0	1- 2
#823		0	0	0	0	0	1- 2
R125		-	-	-	-	80	-
R60		-	-	-	-	90	-
HA754		-	-	-	-	12	-

本発明の合金の高温耐蝕性を、実用のタービン羽根製作用の3種の合金、すなわち、Rene' 125、B 1900及びMM200(Hf)とともに、合金の試料を1600°FのJP-5燃料を燃焼させた炎に曝し燃焼生成物に名目上1ppmの塩を添加するという試験を行って評価した。試験は、最初は約1ppmで1040時間、次いで約2ppmで578時間行った。200時間おきの目盛ピン(calibration pins)に基づくNaClの化学測定により、塩のレベルは最初の1000時間は0から1ppmの間であり次の300-400時間は1~2ppmであり、残りの300時間は2ppm以上であった。これらの高温腐食試験からえられた結論は次の通りである。

- 1) B1900はすべての塩のレベルで最も耐蝕性が低い。
- 2) MM200(Hf)はすべての塩のレベルでこれに次いで耐蝕性が低い。
- 3) 本発明の合金、特に821番及びRene' 125には類似の高温腐食のふるまいが見られ、本発明の合金の方がRene' 125よりわずかに耐蝕性が低い。

- 4) Rene' 125と他の合金の場合のように、本発明の合金も腐食試験における塩の量に敏感であり、塩の量を増せば耐蝕性が低くなった。従って、B1900, MM200(Hf), Rene' 125及び本発明の合金の間の差は塩の量が多くなれば縮まる。この結果は過去の経験とも一致し、本発明の合金はRene' 125相当品が要求される使用に適していることが分かる。

- 821番の合金は第VI表の組成を持った300ポンドのマスターヒート(master heat :本格的な金属溶融)として大型化された。マスターヒートにイットリウムを加えるのではなくマスターヒート原料が再溶解され溶融したときに、単結晶スラブ及びタービン羽根を造る方向性凝固化の前にイットリウムを加えた。第VII、VIII、IX及びX表のデータをえるため使った試料については400ppmの量のイットリウムを加えた。300ポンドのマスターヒート及び12ポンドの実験用ヒートからの821番合金についての応力破壊強度のデータは第IX表に示されている。

## 800 ポンド合金 821 マスター ヒート

Cr	6.79	Ti	0
Co	7.30	Re	2.95
Mo	1.48	Hf	0.17
W	4.95	C	0.05
Ta	6.40	B	0.004
Al	6.15	Y	0

## 第 VI 表

ヒート	熱処理	温度 (°F)	応力 (Ksi)	寿命 (hrs)	EI (%)	RA (%)
12ポンド 試験用ヒート	2390/2 + 1975/4 + 1650/16 スラブと して熱処理	1600	80	114.3		
		1800	40	80.4		
		2000	20	98.4	7.7	43.1
		2100	13	74.3	16.8	8.8
300 ポン ドマスタ ーヒート 合金821	2390/2 + 1975/4 + 1650/16 スラブと して熱処理	1400	130	1.9	19.5	26.9
		1400	110	351.6	14.8	24.4
		1600	80	155.4	20.1	28.8
		1800	40	72.7	38.4	29.9
		1800	40	75.8	20.6	33.2
		1800	35	227.8	17.5	27.3
		1800	30	509.2	16.8	28.7
		1900	25	120.2	10.1	29.4
		1900	22	357.2	19.9	28.6
		2000	20	81.3	13.8	38.5
		2000	17.5	391.9	13.1	23.8
		2100	13	80.5	3.4	48.6
300 ポン ド、 合金821	再加熱処理* +1900/4 熱成 + 1650/4 熱成	1600	80	115.8	19.0	25.0
		1800	40	68.4	17.0	30.5
		2000	20	82.7	18.9	35.2
	再加熱処理* +1975/4 熱成 + 1650/4 熱成	1600	80	155.2	19.0	26.2
		1800	40	85.2	25.5	39.0
		2000	20	101.2	14.7	34.4
	再加熱処理* +2050/4 熱成 + 1650/4 熱成	1600	80	160.0	18.9	27.5
		1800	40	103.8	18.1	28.3
		2000	20	125.7	11.8	40.3
	再加熱処理* +2125/1 熱成 + 1975/4(コーティ ング試験)+1650/4熱成	1600	80	139.8	19.3	24.0
		1800	40	97.4	23.2	28.6
		2000	20	126.9	12.8	32.9
	再加熱処理* +2200/1 熱成 + 1975/4(コーティ ング試験)+1650/4熱成	1600	80	131.0	17.8	24.7
		1800	40	90.5	20.6	29.8
		2000	20	97.2	12.4	31.1

\* すべての試料の形で2390° F/2時間溶融後 2000° Fまで急冷。

引っ張り強さ、低サイクル疲労、及び高サイク  
ル疲労試験は、2390° Fで2時間で溶解され、1975  
° Fで4時間及び1650° Fで16時間で熱成された合  
金821番の300ポンドのヒートから取った単結晶  
材質について行った。その結果を第VIII、IX及びX

40 表にそれぞれ示す。表中、USTは最大引っ張り強  
さ、YSは0.2%ひずみ変形(strain offset)にお  
ける降伏強さ、EIは伸び、そしてRAは面積の減  
少率である。

第 IV 表  
引張り強さ  
(821番合金マスターヒート)

温度 (°F)	UTS (Ksi)	0.2%YS (Ksi)	0.02%YS (Ksi)	EI (%)	RA (%)
1000	128.8	113.4	110.7	11.8	18.9
1200	129.6	112.4	106.5	14.2	19.9
1400	142.8	112.8	102.6	9.9	13.3
1600	143.6	129.4	103.5	18.0	30.8
1800	110.1	94.7	71.9	10.0	28.1
2000	64.1	51.2	39.2	19.1	21.6

第 IX 表

低サイクル疲労 (821番合金のマスターヒート)

交番凝似応力 (ksi) <sup>1</sup>	疲労までのサイクル数
2.1	$4.9 \times 10^3$
3.1	$2.3 \times 10^3$
3.7	$2.5 \times 10^3$

注 1 : 2分間、2000°Fで圧縮応力持続

第 X 表

高サイクル疲労 <sup>1</sup> (821番合金のマスターヒート)

交番凝似応力 (ksi)	疲労までのサイクル数
1.0	$9.6 \times 10^6$
1.1	$4.4 \times 10^6$
1.3	$1.4 \times 10^6$
1.5	$0.5 \times 10^6$

注 1 : 2050°F、A = 0.67、30 Hz

同一出願人による同時係属合衆国出願第595,845号にもっと詳細に記載されているように、本発明の超合金は、ホウ素、ジルコン、そして炭素などの粒界強化元素を避けるべきだという長年にわ

たり培われた単結晶超合金技術分野における常識、すなわち、工業規模での溶融及び合金化の慣用技術に従って、このような元素はできるだけ低水準に抑えるという技術常識とは相容れない。この種の元素を制限しようとする一般的な理由は、 $\gamma'$ 相溶解温度に関連して当初溶解温度を上げることであり、これによりヒートの液化温度を $\gamma'$ 相の完全な溶解が妥当な時間内に溶質に富んだ部分での局部的溶解を惹き起こすことなく行えるというものである。もう1つの理由は、有害なTCP相の形成を最小限または絶無にすることである。

合衆国出願第595,845号の明細書にも記されているように、単結晶品は必ずしも全体として単結晶である必要はなく、粒界はできるだけ低角粒界 (low angle grain boundaries) であればよく、粒界間の結晶学的不整合は約5-6度であれば一般に許容される。低角粒界と高角粒界 (high angle grain boundaries) との区別は、後者では隣接粒子間の境界が結晶学的な方向で約5-6度よりも多く異なることである。高角粒界は表面エネルギーが数百エルグ/cm<sup>2</sup>のオーダーの大きな部分であり、あまりにも雑然とした不整合のため構造を容易に記述したりモデル化することのできない領域である。

またこれもその中に記されているように、以前は禁ぜられていた元素も、加減された少量であれ

ば許容され、合衆国出願第595,845号の単結晶超合金がえられる結果となり、このものは低角粒界の許容度が向上され、従来の単結晶超合金よりも粒界強度(grain boundary strength)が高い。この粒界強度の増大の1つの結果として、従来の技術による単結晶超合金の許容限度である $6^\circ$ 以上の粒界の不整合があっても、その発明のニッケルをベースとする超合金から造られた単結晶品では許容することができる。これを言い換えれば、通常の検査法で広い範囲の粒界が受容できるため、例えば、使用中の信頼性が良くなり、検査費用が安くなり、高い収率がえられるということになる。その発明の斬新な特徴は本発明の斬新な超合金に具現されており、このため本発明の超合金もまた

低角粒界の許容度が高くなり上述の利点も備えている。

本発明の超合金はまたイットリウムで合金化されるので、インベストメント鑄造方法(investment casting process)に使われるセラミックの鑄型(mold)及び心型(core)については、イットリウムで合金化されないニッケルをベースとする超合金よりも高度に反応性が高い。セラミック/金属の不安定さは系の総体的な熱力学的条件により制御することができる。生成自由エネルギー $\Delta G^\circ$ が負であればあるほど酸素との親和性はより太くなる。イットリウムなどの反応性の高い元素をより多く加えるほど酸化物に対する生成自由エネルギーはますます負になって通常の $\text{SiO}_2$ や $\text{ZrO}_2$ のセラミックの鑄型と心型を使ったときよりも金属/セラミックの反応性が高まることが見いだされた。米国防省に報告された空軍刊行図書、AFML-TR-77-211の熱力学的考察及び研究「共晶の方向制凝固に関する改良された心型及び鑄型材料の開発」(Development of Advanced Core and Mo

ld Materials for Directional Solidification of Eutectics)

1977年刊によれば、アルミナは反応性が低いので、反応性元素を含む超合金を鑄造するときの鑄型、心型及び表面コーティング用の材料として望ましい。

また、インベストメント鑄造に際して、種々の温度条件その他のパラメーターを低く抑えることによって、溶融金属と鑄型及び心型との相互作用が減り、イットリウムの残留量が増え、イットリウム分布の均一性が改善されることが分かった。つまり本発明の単結晶品の鑄造における過熱及びモールドの予熱をできる限り低く抑え、引き出し速度を上げることである。

前述の大型化した300ポンドのマスターヒートから得られた821番合金を材料として、いくつかのコアを持たない小型タービン羽根をインベストメント鑄造した。これらの羽根は先端から根元までの寸法が約1.5インチで羽根の幅(span)は約0.75インチであった。羽根の先端からプラットフォーム(platform)までの距離は1インチであった。

前述のように、イットリウムは溶融中かつ方向性凝固の前のマスターヒート材料に点火され、この場合の添加量は2000ppmであった。一般に、多くの羽根(blades)は第XI表に示されるように許容できる結晶構造を示し、鑄造パラメータを低めに取ったときにイットリウムの残留率が良かった。また、面積対容積の比がイットリウムの残留率に影響すると思われ、この比が大きくなるとイットリウムの残留率が低下した。このことは前縁と後縁のイットリウムの残留率を比較すれば分かり、前縁の方が後縁よりも面積対容積比が小さく、イットリウムの残留率は一貫して前端の方が後端よりも高い。

第 X I 表

鋳造条件	イットリウム含有量(ppm)				
	翼の先端		ブラットホーム 近傍の翼部分		羽根の根元
	LE (1)	TE (2)	LE	TE	ROOT (3)
低い 過熱	130	100	160	100	130
	90	60	80	50	160
	190	120	190	150	190
	170	90	180	150	200
	410	330	470	360	380
	310	120	270	160	280
高い 過熱	80	80	120	70	100
	80	80	100	70	130
	100	90	90	150	100
	80	80	130	100	100
	130	150	190	150	120
	170	200	240	210	170

注

- (1) LE = leading edge (先線)  
 (2) TE = trailing edge (後線)  
 (3) ROOT = root (根元), center (中心)

更にまた、大型の充実したタービン羽根（先端から根元まで4-3/4インチ）及び空気冷却を行うための蛇行している通路を内蔵するコアを持った大小のタービン羽根の単結晶インベストメント鋳造品も製作した。大型の充実したタービン羽根では、所望の50~300ppmレベルの範囲内のイットリウム分布をえるために2400ppmからのイットリウムを後で加える必要があった。低い試作鋳造パラメータを採用した場合も通路を内蔵するコ

アを持った羽根において、許容できるイットリウムレベルを得るために、上記と同様のレベルを必要とした。コアを持たない小型羽根の場合と同じに、面積対容積比の効果は明らかであり、先端の方が後端に比べてイットリウム量が多かった。

本発明に関しては特定の実施例を上げて説明したが、この技術に通曉した人々にとっては、特許請求の範囲に掲げた本発明の範囲内で変更及び改造が可能であることは理解されるであろう。